

Lichtmikroskopische Bestimmung der Dicke und Porigkeit der Verbindungsschichten nitrierter und nitrocarburierter Werkstücke

Teil 2 – Messung und Auswertung

Light-microscopy determination of thickness and porosity of white layers of nitrided and nitrocarburized work pieces.

Part 2 – Measuring and Evaluation



Dr.-Ing. Uwe Huchel
Eltro GmbH, Baesweiler



Dr.-Ing. Heinrich Klümper-Westkamp
IWT Bremen



Dr.-Ing. Dieter Liedtke
Ludwigsburg

Mitteilung aus dem AWT-Fachausschuss 5 Ak3 – Nitrieren/Nitrocarburieren

3.2 Metallografische Untersuchung

3.2.1 Hinweise zum Messen

Für die lichtmikroskopische Untersuchung wird eine 1000-fache Vergrößerung empfohlen.

Damit die Dicke der Verbindungsschicht bzw. des porösen Bereichs gemessen werden kann, ist eine sorgfältig polierte Schlieffläche unerlässlich. Ungenügendes Auspolieren, zu erkennen an noch vorhandenen Riefen, erschwert das Beurteilen der Porosität, vgl. hierzu die Bilder 7 und 8.

Die Randschicht der nitrocarburierten Probe ist in einem größeren Bereich als dem im Okular in einer Einstellung sichtbaren zu untersuchen. Zweckmäßigerweise ist das Objektiv auf mehrere etwa 1 bis 3 mm voneinander entfernte Bereiche einzustellen.

Es ist darauf zu achten, dass nur dort gemessen wird, wo

- die galvanische Beschichtung einwandfrei haftet bzw. kein Spalt zwischen Beschichtung und Oberfläche des zu untersuchenden Teils vorhanden ist,
- die Verbindungsschicht keine Ausbrüche oder Risse aufweist (möglicher Einfluss der Schlieffherstellung),
- der Bereich ausreichend weit von einer Kante entfernt ist,
- der poröse Bereich der Verbindungsschicht mit einer virtuellen Hüllkurve umgeben wird, deren Abstand von der Oberfläche als Dicke des porösen Bereichs ausgemessen wird.

In Bild 9 ist ein Beispiel für die Vorgehensweise beim Messen und Auswerten schematisch dargestellt.

3.2.2 Bestimmen der Verbindungsschichtdicke

In den meisten Anwendungsfällen wird nur die Dicke der Verbindungsschicht gemessen. Hierzu ist durch Verschieben der Probe mit dem Messschlitten in mindestens 10 Einstellungen die Dicke zu messen. Dabei ist es zweckmäßig, über eine Länge von ca. 10 mm zu messen.

Aus den Einzelwerten wird das arithmetische Mittel gebildet. Dieser Wert wird gerundet und ohne Nachkommastelle als Ergebnis dargestellt. Es ist zu empfehlen, außerdem

Report by AWT Expert Committee 5 Ak3 – Nitriding/Nitrocarburizing

3.2 Metallographic examination

3.2.1 Measuring notes

A magnification of 1000 times is recommended for the light-microscopy examination.

In order to be able to measure the thickness of the white layer, respectively the porous area, a carefully polished surface of the microsection is indispensable. Insufficient polishing, characterized by still remaining scoring, makes the assessment of porosity more difficult, see Fig. 7 and 8.

The boundary layer of the nitrocarburized sample must be examined over a larger area than which is visible in a single focusing of the ocular. It is advantageous to focus the lens on several areas with a distance of 1 to 3 mm from each other.

The operator should make certain that measurements are taken only in places where

- the galvanic coating adheres perfectly, respectively where no gap exists between coating and surface of the examined sample,
- the white layer shows no break-outs or cracks (possibly caused during preparation of microsection),
- the area is sufficiently far away from an edge,
- the porous area of the white layer is surrounded by a virtual generating curve of an envelope, the distance of which from the surface is measured as the thickness of the porous area.

Fig. 9 shows a schematic diagram of an example for the procedure used for measuring and evaluating.

3.2.2 Determining white layer thickness

In most application cases, only the thickness of the white layers is measured. For this purpose, the thickness must be measured by sliding the sample by means of the measuring table carriage in at least 10 different settings. It is advantageous to spread the measurements over a length of approx. 10 mm.

The arithmetic mean value is the calculated from the individual measuring values. This value is rounded and represented as a result without

auch den Größt- und Kleinstwert (Spannweite R) zu bestimmen.

- Beispiel:
1. Messung: 20 μm
 2. Messung: 16 μm
 3. Messung: 18 μm
 4. Messung: 13 μm
 5. Messung: 17 μm
 6. Messung: 19 μm
 7. Messung: 17 μm
 8. Messung: 12 μm
 9. Messung: 14 μm
 10. Messung: 18 μm

Ergebnis der Auswertung:

Dicke der Verbindungsschicht VS: $\bar{x} = 16 \mu\text{m}$
(R = 12 bis 20 μm).

Bei korrosionsbeständigen Stählen wird auf entsprechende Weise die Dicke des dunkel angeätzten Bereichs der Diffusionsschicht ermittelt, vgl. Abschnitt 4.2.4.

3.2.3 Bestimmen des porösen Anteils der Verbindungsschicht

Wie im Abschnitt 2.1 beschrieben, kann die Porigkeit sehr unterschiedlich ausgebildet sein. Unabhängig davon kann der poröse Anteil der Verbindungsschicht analog zur Verbindungsgesamtsschichtdicke ermittelt werden. Dazu ist an mindestens 10 Stellen auf einer Länge von ca. 10 mm die Dicke des porösen Bereichs der VS zu messen. Um eindeutige Messwerte zu erhalten, ist es erforderlich, den porösen Bereich durch eine virtuelle Hüllkurve – bzw. auf einem Foto durch eine entsprechende Hüll-Linie - abzugrenzen. Der Abstand von der Tangente an diese Linie bis zum Außenrand der Verbindungsschicht (oder aber nach innen, bis zum Ende der VS) entspricht dann an dieser Messstelle der Dicke des porösen (oder aber des porenfreien) Bereichs der VS. Die Auswertung der Einzelwerte erfolgt gemäß Abschnitt 3.2:

Messwerte z.B.: 4, 7, 6, 5, 7, 8, 5, 6, 7, 6 μm .

Dicke des porösen Anteils VS_p :

$\bar{x} = 6 \mu\text{m}$, (R = 4 bis 8 μm)

Anstelle des porösen Bereichs kann es erforderlich sein, die Dicke des porenfreien Bereichs anzugeben. Dementsprechend würde das Messergebnis lauten:

Dicke des porenfreien Anteils
 VS_{pf} : $\bar{x} = 10 \mu\text{m}$, (R = 6 bis 13 μm).

4. Auswerten des metallographischen Befundes

4.1 Allgemeine Hinweise

Je nach Beanspruchung der Bauteile oder Werkzeuge ist das Einhalten einer bestimmten Dicke der Verbindungsschicht und gegebenenfalls zusätzlich der des porösen oder porenfreien Bereichs erforderlich. Die gemessenen Werte sind mit den auf der Zeichnung (entsprechend DIN 6773, und zwar Nennwert mit zulässiger Abweichung oder Mindestwert) oder den im Prüfplan angegebenen Werten zu vergleichen.

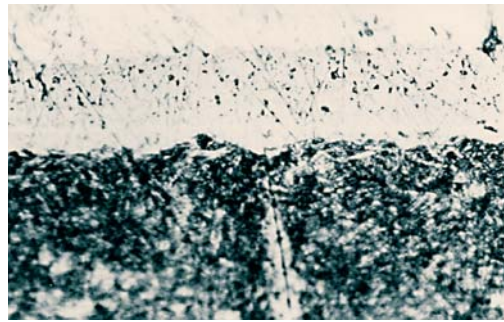


Bild 7: Nur mit Diamant-Paste (Körnung 3 μm) poliert

Fig 7. Only with diamond paste (granulation 3 μm) polished



Bild 8: Wie Bild 7, jedoch zusätzlich 60 s lang mit Tonerde poliert

Fig. 8: Like Fig. 7, but additionally polished with alumina for 60 sec.

decimal places. It is also recommended to determine the greatest and smallest measuring values (span R).

- Example:
1. Measurement: 20 μm
 2. Measurement: 16 μm
 3. Measurement: 18 μm
 4. Measurement: 13 μm
 5. Measurement: 17 μm
 6. Measurement: 19 μm
 7. Measurement: 17 μm
 8. Measurement: 12 μm
 9. Measurement: 14 μm
 10. Measurement: 18 μm

Result of evaluation:

Thickness of white layer VS: $\bar{x} = 16 \mu\text{m}$
(R = 12 to 20 μm).

In case of corrosion resistant steel, the thickness of the ark slightly etched area of the diffusion layer is determined accordingly, see Section 4.2.4.

3.2.3 Determining porous share of white layer

As described in Section 2.1, porosity may be developed in many different ways. Regardless of this fact, the porous share of the white layer can be determined correspondingly to the total thickness of the white layer. For that purpose, the thickness of the porous area of the VS must be measured in at least 10 places over the length of about 10 mm. In order to obtain unequivocal measuring values, it is necessary to limit the porous area by a virtual generating curve of an envelope – respectively, on a photo the corresponding enveloping line. The distance from the tangent on this line to the outer edge of the white layer (or towards the inside, to the end of the VS) then corresponds at this measuring point

Bild 9: Schliffbild schematisch

Fig. 9: schematically cross section

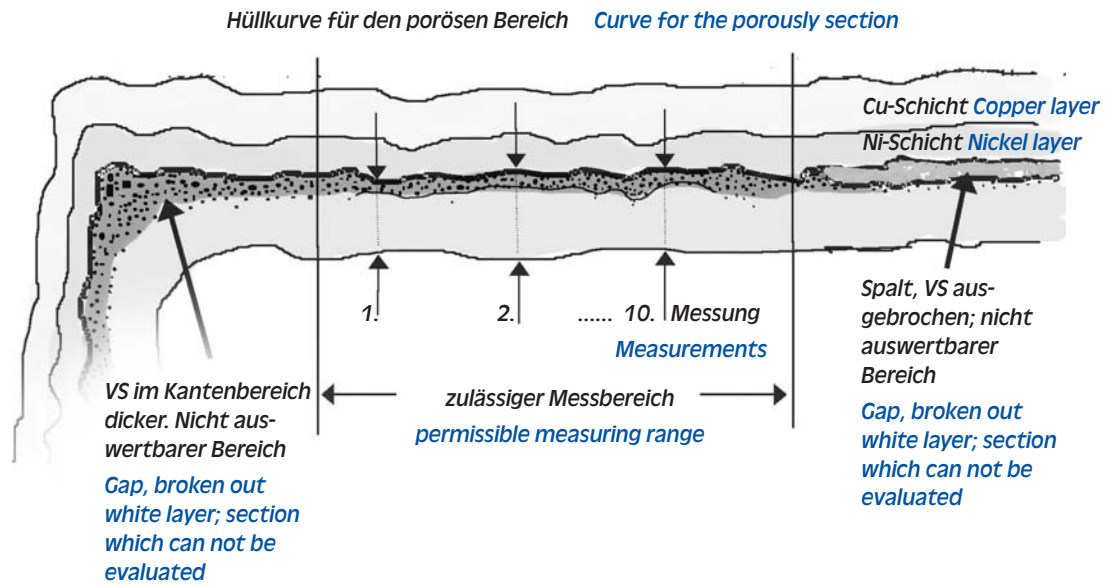


Bild 10: Randschicht des nitrocarburierten Stahls X165 CrV Mo12, (geätzt: 1%-Nital, Vergrößerung: 1000:1)

Fig. 10: surface layer of the nitro-carburized steel grade X165CrMoV12 (1% - Nital etching, magnification: 1000:1)

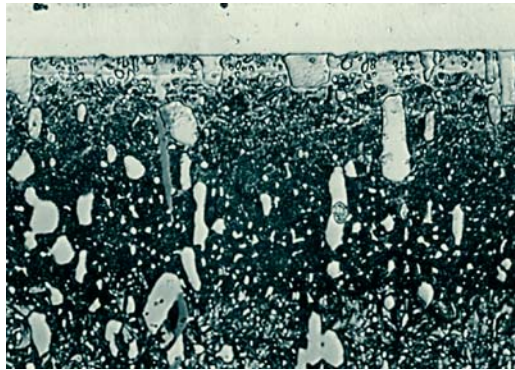


Bild 11: Randschicht des nitrocarburierten Stahls X5CrNi18-9 geätzt mit Pikrinsäure (Vergrößerung: 1000:1)

Fig. 11: surface layer of the nitro-carburized steel grade X5CrNi18-9 etched in Pikrin acid (magnification: 1000:1)



to the thickness of the porous (or the non-porous) area of the VS. The individual values are evaluated according to Section 3.2:

Measuring values, for example: 4, 7, 6, 5, 7, 8, 5, 6, 7, 6 μm .

Thickness of porous share of VS_p:
 $\bar{x} = 6 \mu\text{m}$, (R = 4 to 8 μm)

It may be necessary to specify the thickness of the non-porous area instead of the porous area. Correspondingly, the measuring result would be:

Thickness of non-porous share
 VS_{pf}: $\bar{x} = 10 \mu\text{m}$, (R = 6 to 13 μm).

4. Evaluation of metallographic findings

4.1 General

Depending on the stress the part or tool will be subjected to, conformity with a certain thickness of the white layer and, if applicable, additionally of the porous or non-porous area, is required. The measured values must be compared to the specifications of the drawing (according to DIN 6773, namely nominal value with permissible deviation or minimum value) or to the values specified in the test specifications.

4.2 Evaluation by overall thickness and porous share

4.2.1 Steel (except alloyed tool steels)

In case of work pieces made from steel it is customary practice to compare the thickness of the white layer (VS_{ges}) and in some case additionally the thickness of the porous (VS_p) or non-porous area (VS_{pf}) of the white layer to the specified nominal values.

4.2 Auswertung nach Gesamtdicke und porösem Anteil

4.2.1 Stähle (außer legierten Werkzeugstählen)

Bei Werkstücken aus Stählen ist es üblich, die Dicke der Verbindungsschicht (VS_{ges}), in manchen Fällen zusätzlich die Dicke des porösen (VS_p) oder porenfreien Bereichs (VS_{pf}) der Verbindungsschicht, mit den vorgegebenen Sollwerten zu vergleichen.

Beispiel 1:

Zeichnungsangabe: nitrocarburisiert
 $VS \geq 15 \mu\text{m}$
 $VS_p \leq 7 \mu\text{m}$

Messergebnis: $VS_{\text{ges}} : \bar{x} = 16 \mu\text{m}$
 $VS_p : \bar{x} = 6 \mu\text{m}$

Prüfbefund: Der Mittelwert der Verbindungsschichtdicke ist größer und der des porösen Bereichs kleiner als der geforderte Mindestwert. Das geprüfte Teil entspricht den Sollwerten.

Beispiel 2:

Zeichnungsangabe: nitrocarburisiert
 $VS = 10 + 10 \mu\text{m}$

Porenfreier Bereich $\leq 6 \mu\text{m}$

Messergebnis: $VS_{\text{ges}} : \bar{x} = 9 \mu\text{m}$
 $VS_{\text{pf}} : \bar{x} = 7 \mu\text{m}$

Prüfbefund: Der Mittelwert der Verbindungsschichtgesamtstärke ist kleiner und der des porenfreien Bereichs größer als der jeweilige Sollwert.

Das geprüfte Teil entspricht den Sollwerten nicht.

4.2.2 Legierte Werkzeugstähle

Bei legierten Werkzeugstählen wird die Porigkeit nicht beurteilt, da wegen des hohen Anteils an Legierungselementen die Verbindungsschicht dünner als bei niedrig oder unlegierten Stählen und daher auch der poröse Anteil meist sehr gering ist. Außerdem erschweren die vom Ausgangszustand her vorhandenen Carbidausscheidungen eine entsprechende Auswertung oder machen sie sogar unmöglich, vgl. Bild 10. In diesen Fällen wird daher lediglich die Gesamtdicke der Verbindungsschicht ermittelt.

4.2.3 Gusseisen

Wegen der Gefügeausbildung beim Gusseisen mit den vorhandenen Graphitausscheidungen streut die Dicke der Verbindungsschicht stark und die Verbindungsschicht besitzt eine starke Porosität. Die Dicke des porösen Bereichs erreicht häufig 70 % der gesamten Dicke der Verbindungsschicht.

Hier ist es besonders wichtig, an einer ausreichenden Anzahl von Stellen zu messen. Es wird empfohlen, mindestens 10 Messstellen zur Beurteilung heranzuziehen.

4.2.4 Korrosionsbeständige Stähle

Durch den hohen Chromgehalt entsteht bei den austenitischen korrosionsbeständigen Stählen keine Verbindungsschicht. Stattdessen ist nach der Ätzung mit Pikral, vgl. Abschnitt 3.1.7, lichtmikroskopisch ein dunkel angeätzter Bereich in der Randschicht zu erkennen, siehe Bild 11. Dieser entspricht dem effektiven Teil der Diffusionsschicht - die gesamte Stickstoffeindringtiefe reicht jedoch noch weiter.

Der dunkel angeätzte Bereich stellt ein Maß für die zu erwartenden Gebrauchseigenschaften der Nitrierschicht dar. Er wird nach der in

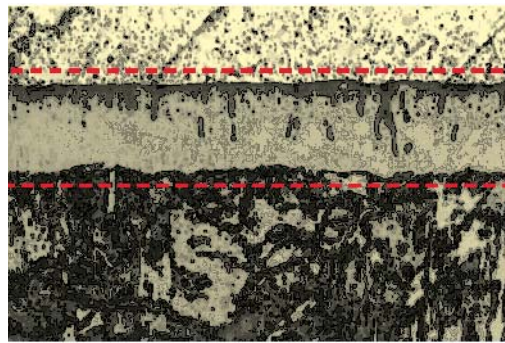


Bild 12: Markierte Verbindungsschicht eines nitrocarburierten Stahls (geätzt mit 1%-Nital)

Fig. 12: Marked white layer of a nitro-carburized steel (1 % - Nital etching)

Example 1:

Drawing specification: nitrocarburized
 $VS \geq 15 \mu\text{m}$
 $VS_p \leq 7 \mu\text{m}$

Measuring result: $VS_{\text{ges}} : \bar{x} = 16 \mu\text{m}$
 $VS_p : \bar{x} = 6 \mu\text{m}$

Test result: The mean value of the white layer thickness is greater than the required minimum value and the mean value of the porous area is smaller than the required minimum value.

The examined part conforms to nominal values.

Example 2:

Drawing specification: nitrocarburized
 $VS = 10 + 10 \mu\text{m}$
non-porous area $\leq 6 \mu\text{m}$

Measuring result: $VS_{\text{ges}} : \bar{x} = 9 \mu\text{m}$
 $VS_{\text{pf}} : \bar{x} = 7 \mu\text{m}$

Test result: The mean value of the total white layer thickness is smaller than the nominal value and the mean value of the non-porous area is greater than the nominal value.

The examined part does not conform to nominal values.

4.2.2 Alloyed tool steels

In case of alloyed tool steels, the porosity is not evaluated, since due to the high content of alloying elements the white layer is thinner than that of low-alloyed or unalloyed steel and therefore the porous share is usually very small. In addition, carbide precipitations originating from the initial state make a corresponding evaluation very difficult or even impossible, see Fig. 10. For that reason, only the total thickness of the white layer is determined in these cases.

4.2.3 Cast iron

Due to the nature of the microstructure of cast iron with existing graphite precipitations, the thickness of the white layer is widely scattered and exhibits heavy porosity. The thickness of the porous area frequently reaches 70% of the total thickness of the white layer. Here, it is particularly important to measure at a sufficient number of measuring points. It is recommended to use at least 10 measuring points for the evaluation.

Bild 13 a: Markierte Meßwerte der Dicke des porösen Bereichs der Verbindungsschicht

Fig. 13 a: Marked measured values of the thickness of the white layer porously section

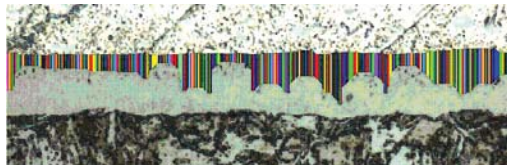
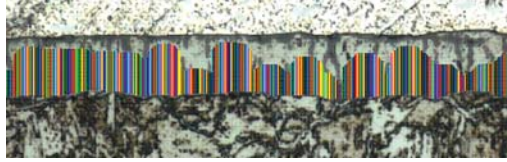


Bild 13 b: Markierte Meßwerte der Dicke des porenfreien Bereichs der Verbindungsschicht

Fig. 13 b: Marked measured values of the thickness of the white layer section without porosity



Abschnitt 3.2.2 beschriebenen Vorgehensweise gemessen.

Beispiel:

Zeichnungsangabe: nitrocarburiert
Nitriertiefe $\geq 0,03$ mm

Messergebnis: Dicke des dunkel angeätzten Bereichs:
 $\bar{x} = 41 \mu\text{m}$

Prüfbefund: Der Mittelwert des dunkel angeätzten Bereichs ist größer als der geforderte Mindestwert.

Das untersuchte Teil entspricht dem Sollwert.

4.3 Ermittlung der Dicke der Verbindungsschicht und des porösen Bereichs durch Bildauswertungsverfahren

Anstelle einer lichtmikroskopischen visuellen Auswertung läßt sich die gesamte Dicke der Verbindungsschicht, des porösen Bereichs und des porenfreien Bereichs auch durch Bildauswertungsverfahren ermitteln. In den Bildern 12 und 13 ist hierfür ein Beispiel abgebildet.

Weitere Informationen im Internet unter www.nitrierpraxis.de

4.2.4 Corrosion resistant steels

Due to the high chromium content, no white layer is created in austenitic, corrosion resistant steels. Instead, after etching with picral (see Section 3.1.7), light-microscopy reveals a dark slightly etched area in the boundary layer, see Fig. 11. This corresponds to the effective part of the diffusion layer – however, the total penetration depth of the nitrogen reaches further.

The dark, slightly etched area gives an idea about the usage characteristics that can be expected from the nitrided layer. Measurements are made in accordance with the procedure described in Section 3.2.2.

Example:

Drawing specification: nitrocarburized
nitrided depth ≥ 0.03 mm

Measuring result: Thickness of dark, slightly etched area:
 $\bar{x} = 41 \mu\text{m}$

Test result: The mean value of the dark, slightly etched area is larger than the required minimum value.

The examined part conforms to the nominal value.

4.3 Determining the thickness of the white layer and the porous area by image evaluation method

Instead of by means of light-microscopy, visual evaluation, the total thickness of the white layer, the porous and the non-porous area can also be determined using an image evaluation method. Fig. 12 and 13 show an example of this method.